

Verfahren zur Herstellung von Amionitrilen

Publication number: DE836938
Publication date: 1952-04-17
Inventor: NIENBURG DR HANS; SCHWARTE DR GEORG
Applicant: BASF AG
Classification:
- **international:**
- **european:** C07C121/43
Application number: DE1950B008943 19500826
Priority number(s): DE1950B008943 19500826

Report a data error here

Abstract not available for DE836938

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Erteilt auf Grund des Ersten Überleitungsgesetzes vom 8. Juli 1949
(WIGBL S. 175)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
17. APRIL 1952

DEUTSCHES PATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr. 836 938

KLASSE 12q GRUPPE 601

B 8943 H' c / 12 q

Dr. Hans Nienburg, Ludwigshafen/Rhein und
Dr. Georg Schwarte, Ludwigshafen/Rhein
sind als Erfinder genannt worden

Badische Anilin- & Soda-Fabrik
(I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft »In Auflösung«),
Ludwigshafen/Rhein

Verfahren zur Herstellung von Aminonitrilen

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 26. August 1950 an

Patentanmeldung bekanntgemacht am 23. August 1951

Patenterteilung bekanntgemacht am 13. März 1952

Die katalytische Hydrierung von Dicarbonsäure-
dinitrilen führt bei Verwendung der üblichen
Hydrierungskatalysatoren unter den üblichen Hy-
drierbedingungen im allgemeinen zu Produkten, die
5 hauptsächlich aus Diaminen bestehen und daneben
mehr oder weniger große Anteile an cyclischen
Iminen, Aminonitrilen und höhermolekularen Pro-
dukten enthalten. Um vorzugsweise Aminonitrile
herzustellen, hat man vorgeschlagen, Dinitrile in
10 großem Überschuß kontinuierlich zusammen mit
Wasserstoff unter Druck über fest angeordnete
Katalysatoren zu leiten und aus dem Reaktions-
gemisch das Dinitril abzudestillieren. Diese Arbeits-
weise befriedigt jedoch nicht, weil sie zusätzliche
15 Destillierarbeit erfordert.

Es wurde nun gefunden, daß man Dicarbonsäure-
dinitrile in einfacher Weise mit guten Ausbeuten
zu Aminonitrilen hydrieren kann, wenn man auf das
Dinitril nach Zugabe eines Hydrierungskatalysators
und zweckmäßig eines Verdünnungsmittels in einem
Autoklaven die zur Hydrierung nur einer Nitril-
gruppe benötigte Menge Wasserstoff auf einmal auf-
gepreßt und das Ganze dann erhitzt, bis kein Druck-
abfall mehr erfolgt.

Als Ausgangsstoffe eignen sich z. B. Bernstein-
säure-, Adipinsäure-, Alkylbernsteinsäure- oder
Phthalsäuredinitrile. Geeignete Hydrierungskataly-
satoren sind z. B. Nickel oder Kobalt für sich oder
auf Trägern, wie Kieselgel, oder in Form von
Raneykatalysatoren. Als Verdünnungsmittel eignen
30

sich besonders Benzol und seine Homologen. Ein Zusatz von Ammoniak ist zuweilen nützlich, meistens aber nicht erforderlich. Die günstigsten Reaktionstemperaturen richten sich nach der Aktivität des Katalysators; im allgemeinen verläuft die Hydrierung schon bei 75 bis 120° genügend rasch.

Die auf diese Weise leicht in guter Ausbeute erhältlichen Aminonitrile sind wertvolle Zwischenprodukte, insbesondere für Kunststoffe.

Beispiel

- Man füllt in einen Rollautoklaven von 500 cm³ Inhalt 108 g Adipinsäuredinitril, 100 cm³ Benzol und 10 g Raneynickel und preßt 175 Atm. Wasserstoff auf, entsprechend der aus dem freien Volumen berechneten, zur Hydrierung einer Nitrilgruppe erforderlichen Menge. Dann heizt man auf 120° und hält diese Temperatur etwa 1/2 Stunde lang aufrecht, wobei der Druck bei 25 Atm. konstant bleibt. Beim Erkalten ist der Druck praktisch gleich

dem Atmosphärendruck. Nachdem der Katalysator abfiltriert und das Benzol abdestilliert ist, wird der Rückstand bei vermindertem Druck fraktioniert destilliert. Man erhält 13,7 g Hexamethyldiamin, 53,2 g ϵ -Aminocapronsäurenitril und 36,3 Teile unverändertes Adipinsäuredinitril zurück. Die Ausbeute an Aminonitril, berechnet auf umgesetztes Dinitril, beträgt also rund 81% der Theorie.

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von Aminonitrilen durch partielle katalytische Hydrierung von Dicarbonsäuredinitrilen, dadurch gekennzeichnet, daß man in ein das Dinitril, den Katalysator und gegebenenfalls ein Verdünnungsmittel enthaltendes Druckgefäß die zur Hydrierung nur einer Nitrilgruppe erforderlichen Menge Wasserstoff bei gewöhnlicher Temperatur aufpreßt und dann auf die Hydriertemperatur erhitzt, bis kein Druckabfall mehr erfolgt.